# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

08-165218

(43)Date of publication of application: 25.06.1996

(51)Int.Cl.

A61K 7/00

A61K 7/027

(21)Application number: 06-331605

(71)Applicant: TAIYO KAGAKU CO LTD

(22)Date of filing:

09.12.1994

(72)Inventor: NAKAO SAKAE

#### (54) COSMETIC MATERIAL

### (57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a cosmetic material having stability by itself, excellent compatibility with other components, improving a feeling in use in blending the cosmetic material with a cosmetic and bettering the stability of the cosmetic, widely usable as an oily component. CONSTITUTION: This cosmetic material comprises a 6-14C straight-chain middle- chain saturated fatty acid or its mixed fatty acid as a constituent fatty acid. This cosmetic material comprises one or more of a diglycerol fatty acid ester and/or a triglycerol fatty acid ester. The fatty acid ester is preferably one obtained by esterifying ≥20%, preferably ≥80% of hydroxyl group of diglycerol or triglycerol with the middle-chain saturated fatty acid or its mixed fatty acid, especially by esterifying ≥20%, of the hydroxyl group with the 6-14C straight-chain middlechain saturated fatty acid or its mixed fatty acid and esterifying ≥80% of the residual diglycerol or triglycerol with a 2-4C lower fatty acid.

### \* NOTICES \*

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

## **CLAIMS**

## [Claim(s)]

[Claim 1]A cosmetic containing one sort of triglycerol fatty acid ester which uses as constituent fatty acids diglycerol fatty acid ester which uses inside chain saturated fatty acid of a straight chain of the carbon numbers 6–14, or its mixed fatty acid as constituent fatty acids and/or inside chain saturated fatty acid of a straight chain of the carbon numbers 6–14, or its mixed fatty acid, or two sorts or more.

[Claim 2] The cosmetic according to claim 1 which makes composition ester fatty acid ester produced by esterifying not less than 20% of hydroxyl groups with inside chain saturated fatty acid of a straight chain of the carbon numbers 6–14, or its mixed fatty acid (an esterification degree: not less than 20%).

[Claim 3] The cosmetic according to claim 1 which makes composition ester fatty acid ester produced by esterifying not less than 80% of hydroxyl groups with inside chain saturated fatty acid of a straight chain of the carbon numbers 6-14, or its mixed fatty acid (an esterification degree: not less than 80%).

[Claim 4]Not less than 20% of hydroxyl groups are esterified with inside chain saturated fatty acid of a straight chain of the carbon numbers 6–14, or its mixed fatty acid, The cosmetic according to claim 1 which makes composition ester fatty acid ester produced in a hydroxyl group of the remaining diglycerols or triglycerol by esterifying not less than 80% of hydroxyl groups with lower fatty acid of the carbon numbers 2–4 (an esterification degree: not less than 80%).

[Translation done.]

#### \* NOTICES \*

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

#### **DETAILED DESCRIPTION**

[Detailed Description of the Invention] [0001]

[Industrial Application]Generally, polyglyceryl fatty acid ester is widely used for foodstuffs, cosmetics, etc. as an additive using the various characteristics which it has. [0002]

[Description of the Prior Art]Cosmetics clean up the skin, give grace, form the oily film which has the breathability of the grade used as the hindrance of skin respiration, and are safe, and its thing with the role which maintains the skin and hair at \*\*\*\* or \*\* is desirable. In order to obtain cosmetics with such character, stimulativeness has few oil phase ingredients which are the major constituent, there are not a color and a smell, and it is necessary to have the viscosity which compatibility with other ingredients does not affect the character or physiological function of a skin surface well, but excels [ compatibility ] in a feel and where whose purpose it suits. The oil phase ingredients currently conventionally used for cosmetics are mainly fats and oils of natural animals-and-plants nature, a low and mineral hydrocarbon, etc. However, even if quality, a price, etc. fluctuate and a natural product performs an advanced purification process, quality may deteriorate temporally and it is not desirable (hue, a bad smell, etc.). Although a mineral thing is stabilized in inertness as for quality and its price is also chemically cheap, an oily feeling is strong, and when a defect is on a purification process, there is a fault, such as having unsatisfactory character to the skin. It may become a problem for these oil phase ingredient about compatibility with other additives (perfume, paints, etc.). Then, the medium-chain-fattyacid triglyceride (MCT:Medium Chain Triglyceride) which esterified glycerin thoroughly with caprylic acid, capric acid, or these mixed fatty acid is used. It is indicated by JP,58-72510,A about the cosmetic containing one sort of the polyglyceryl fatty acid ester which esterified with an average degree of polymerization [ of four or more ] polyglycerin with mixed fatty acid of with a carbon numbers of 14 or more higher fatty acid and lower fatty acid of the carbon numbers 2-4, or two sorts or more.

[0003]

[Problem to be solved by the invention] However, since a molecular weight is small and glycerin is hypoviscosity, there is almost no viscosity of the MCT itself. In addition to there being few hydroxyl groups and glycerin being unable to give width of a polar change greatly, since viscosity of glycerin was weak compared with diglycerol or triglycerol, the use range of MCT was restricted rather than these ester. Polyglycerin is what is produced from the heating polymerization product of glycerin by separating a low-boiling point thing as occasion demands, Since it is obtained by carrying out a longtime reaction at the elevated temperature of 260 – 280 \*\* by making sodium hydroxide etc. into a catalyst when carrying out a heating polymerization, the non-detachable by-product of a high boiling point is contained so much. Since viscosity and the boiling point become high and hue also deteriorates with the increase in a degree of polymerization, these polyglycerin becomes difficult and refining And glycerin, A low-boiling point thing like diglycerol and triglycerol can only be refined, expense starts refining as what has a high degree of polymerization, and, as for polyglyceryl fatty acid ester using polyglycerin with a high degree of polymerization, a problem remains in the field of cost. A feel is bad and polyglycerin

with a high degree of polymerization does not fit an oil phase ingredient. When with a carbon numbers of 14 or more higher fatty acid is used for esterification, an oily feeling serves as a feel like grease strongly, and becomes a bad thing of a using feeling. If an unsaturation thing is used, since oxidation stability tends to produce a peroxide bad to heat, light, and metal ion, a problem will remain in safety. If only lower fatty acid is used for esterification, since the polarity of ester itself becomes strong too much, compatibility with an oil phase ingredient will worsen. [0004]

[Means for solving problem]This invention reaches this invention, as a result of having advanced safety and the outstanding function and repeating research and development wholeheartedly for the purpose of offering the inexpensive cosmetic to which quality does not fall temporally. This invention Namely, the inside chain saturated fatty acid of the straight chain of the carbon numbers 6-14. Or it is a cosmetic containing one sort of the triglycerol fatty acid ester which uses as constituent fatty acids the diglycerol fatty acid ester which uses the mixed fatty acid as constituent fatty acids and/or the inside chain saturated fatty acid of the straight chain of the carbon numbers 6-14, or its mixed fatty acid, or two sorts or more. With the inside chain saturated fatty acid of the straight chain of the carbon numbers 6-14, or its mixed fatty acid. With the diglycerol fatty acid ester produced by esterifying not less than 20% of the hydroxyl groups of diglycerol (esterification degree: not less than 20%) and/or the inside chain saturated fatty acid of the straight chain of the carbon numbers 6-14, or its mixed fatty acid. The cosmetic containing one sort of the triglycerol fatty acid ester produced by esterifying not less than 20% of the hydroxyl groups of diglycerol (esterification degree: not less than 20%) or two sorts or more may be sufficient, Preferably with the inside chain saturated fatty acid of the straight chain of the carbon numbers 6-14, or its mixed fatty acid. With the diglycerol fatty acid ester produced by esterifying not less than 80% of the hydroxyl groups of diglycerol (esterification degree: not less than 80%) and/or the inside chain saturated fatty acid of the straight chain of the carbon numbers 6-14, or its mixed fatty acid. It is a cosmetic containing one sort of the triglycerol fatty acid ester produced by esterifying not less than 80% of the hydroxyl groups of triglycerol (esterification degree: not less than 80%), or two sorts or more, Not less than 20% of the hydroxyl groups of diglycerol are preferably esterified with the inside chain saturated fatty acid of the straight chain of the carbon numbers 6-14, or its mixed fatty acid, The hydroxyl group of the remaining diglycerols with lower fatty acid of the carbon numbers 2-4. Not less than 20% of the hydroxyl groups of triglycerol are esterified with the diglycerol fatty acid ester (esterification degree: not less than 80%) which had not less than 80% of hydroxyl groups esterified and the inside chain saturated fatty acid of the straight chain of the carbon numbers 6-14, or its mixed fatty acid, It is a cosmetic containing one sort of the triglycerol fatty acid ester (esterification degree: not less than 80%) which had not less than 80% of hydroxyl groups the hydroxyl group of the remaining triglycerols esterified by lower fatty acid of the carbon numbers 2-4, or two sorts or more.

[0005]While using for this invention, chain saturated fatty acid is straight-chain fatty acid of the carbon numbers 6-14, is straight-chain fatty acid of the carbon numbers 8-14 preferably, and is straight-chain fatty acid of the carbon numbers 8, 10, 12, and 14 still more preferably. For example, caproic acid, heptylacid, caprylic acid, nonylic acid, capric acid, undecanoic acid, lauric acid, myristic acid, etc. are preferred, and the hydrolysis refining thing or its hydrogenation thing of palm oil or palm oil can also be illustrated. Although these things may contain pulmitic acid, stearic acid, and oleic acid very slightly depending on the grades of refining, a problem is not accepted at all on use. These inside chain saturated fatty acid may be used combining one sort or two sorts or more. The lower fatty acid of the carbon numbers 2-4 used for this invention is one sort or two sorts or more of mixtures of acetic acid, propionic acid, and butanoic acid. To the ester which there is furthermore a thing with a germicidal action in inside chain saturated fatty acid, and comprises such fatty acid, Having sterilization or bacteriostatic action also in itself, cosmetics and the applied skin surface are kept clean and the mixed ester of lower fatty acid and inside chain saturated fatty acid has the character as an oily base equivalent to inside chain saturated fatty acid ester. If side-chain fatty acid is used for inside chain saturated fatty acid, because of the skin irritation which side-chain fatty acid has, the ester also has skin

irritation and is not preferred when using it.

[0006] The process of diglycerol fatty acid ester in this invention, and triglycerol fatty acid ester, Direct esterification process of diglycerol (or triglycerol) and fatty acid, Although the acid chloride method by the reaction of diglycerol (or triglycerol) sodium alcoholate and a fatty acid chloride or an ester interchange method is mentioned, diglycerol fatty acid ester of this invention and triglycerol fatty acid ester can be obtained by every process. For example, diglycerol tetra laurate ester is compoundable as following. That is, after making diglycerol and lauric acid a thermometer, a nitrogen introducing pipe, and a 4 mouth flask with a moisture separation trap at a mole ratio, and 1:4 teaching comparatively (diglycerol: lauric acid =1:4) and adding a phosphoric acid aqueous solution 0.05% of the whole quantity 85%, a reaction is performed at 250 \*\* among a nitrogen air current for 3 hours. Thus, stability is dramatically good and diglycerol fatty acid ester of this invention obtained and triglycerol fatty acid ester can have little skin sensitization, and it has liquefied or the shape of a soft solid body of white - light yellow, and excels in ordinary temperature also at spread nature, and the melting point, viscosity, etc. can be adjusted with the kind and quantity of constituent fatty acids. Its compatibility with other oil phase ingredients is good, and these fatty acid ester is useful as admixture or lubricant, when it uses for an emulsification system.

[0007]That is, the cosmetics which blend these fatty acid ester by this invention have little change of the viscosity (viscosity) to the temperature change in summer winter. A problem is not seen by not only a common oil phase ingredient chisel but compatibility with other additives (paints, an antiseptic, perfume, etc.) and stability. Diglycerol fatty acid ester of this invention, and triglycerol fatty acid ester for example, A triethanolamine salt, alkyl ammonium salt, an alkyl pyridium salt, Surface-active agents, such as sodium lauryl sulfate and lauromacrogol, magnesium sulfate, Mineral, such as aluminum sulfate, magnesium oxide, and a zinc oxide, castor oil, Oil and oil and fat, such as olive oil, cottonseed cake oil, yolk oil, a mink oil, cacao oil, and haze wax, Or lows, such as yellow bees wax, lanolin, Kalna Barrow, a candelilla low, and montan wax, Furthermore, lauryl alcohol, cetyl alcohol, stearyl alcohol, Monovalence or polyhydric alcohol classes, such as oleyl alcohol, Colet Lynne, a sitosterol, and lanolin alcohol, Phenol, resorcinol, orthophenylphenol, p-hydroxybenzoate esters, Cresol, benzoic acid, the salts and salicylic acid, its salts, benzethonium chloride, Even if it uses in combination with nature, such as antimicrobial agents, such as ethyleneoxide, an antiseptic or a musky odor, cinnamon bark oil, orange oil, benzyl alcohol, camphor, and eugenol, or synthetic perfume, a problem is not accepted at all. Therefore, diglycerol fatty acid ester of this invention and triglycerol fatty acid ester exhibit the function which was excellent when used as cosmetics bases, such as foundation, a lip stick, a milky lotion.

[0008]It faces preparing diglycerol fatty acid ester of this invention, and triglycerol fatty acid ester, and, as for the esterification degree by inside chain saturated fatty acid, it is desirable that they are diglycerol and not less than (esterification degree: not less than 20%) 20% of the whole triglycerol. If smaller than this value, polarity will become high and compatibility with an oil phase ingredient will fall. The ester value (A) at the time of esterifying with fatty acid of sufficient quantity which needs the esterification degree in an application concerned to esterify polyglycerin thoroughly theoretically, From the ester value (B) at the time of esterifying in quantity with the fatty acid, it computed by esterification degree (%) =B/Ax100. Even if an ester value is the value measured by what kind of publicly known method, it does not interfere. This invention is not limited by this, although an working example is shown below and this invention is concretely explained to it.

[0009]

[Working example]

In the 4 mouth flask of 12 liters of working examples, the diglycerol 332g (2.0 mol), The caprylic acid 1152g (mol [ 8.0 ], carbon number 8) was prepared, after adding 0.1% of sodium hydroxide of the whole quantity, removing water, under the nitrogen air current, it reacted at 220 \*\* for 3 hours, and ester (esterification degree: 100%) was obtained.

The lip stick was prepared using ester (diglycerol tetra capryl lactam acid ester) of the working-example 2 working example 1. A number is a weight section.

Ester 10.0 castor-oil 75.0 of the working example 1 Paints 10.0 Perfume 2.0 Kalna Barrow 3.0 [0010] The lip stick was prepared using the comparative example 1 glycerine fatty acid ester (glycerin bird 2-capryl lactam acid ester) (esterification degree: 100%). A number is a weight section.

Glycerine fatty acid ester 10.0 castor oil 75.0 paints 10.0 perfume The lip stick was prepared using 2.0 Kalna Barrow 3.0 comparative-example 2 polyglyceryl fatty acid ester (decaglycerin bird capryl lactam acid ester) (esterification degree: 25%). A number is a weight section. Polyglyceryl-fatty-acid-ester 10.0 castor oil 75.0 paints 10.0 perfume The evaluation-of-effectiveness result of the example of 2.0 Kalna Barrow 3.0 examination 1 working example 2 and the comparative examples 1 and 2 was shown in Table 1.

[Table 1]

	実施例2	比較例1	比較例 2
1 稠度	А	В	. D
2 延展性	Α	A	D
3色つき	A	В	С
4 口唇への刺激性	Α	Α	A
5 口唇の異常	А	A	A
6 保存安定性	A	A	В

## [0012] (Examining method)

1: The practical use test by the panelist of 25 women of 19-57 years old of workability performed organic—functions evaluation. Evaluation was performed by the following five—step evaluations.

A: dramatically outstanding D: -- it is not good -- B: -- a little outstanding C:\*\* connoisseur E: -- it is not dramatically good -- with [ as the case of 2:spread nature workability / same ] 3:color (durability)

the same 4: as the case of workability — the same 5: as the case of the stimulative workability to lips, after neglecting the same sample as the case of the unusual workability of lips that carried out 6:preservation stability adjustment for one month at 25 \*\*, Thing B not changing: In the 4 mouth flask of 32 liters of thing working examples hardened or softened, A: The triglycerol 240g (1.0 mol), The caprylic acid 438g (mol [ 3.0 ], carbon number 8) and the myristic acid 456g (mol [ 2.0 ], carbon number 14) were prepared, after adding 0.1% of sodium hydroxide of the whole quantity, removing water, under the nitrogen air current, it reacted at 240 \*\* for 3.5 hours, and ester (esterification degree: 100%) was obtained.

In the 4 mouth flask of 42 liters of working examples, the triglycerol 480g (2.0 mol), The myristic acid 684g (mol [ 3.0 ], carbon number 14) was prepared, after adding 0.05% of acetic anhydride sodium of the whole quantity, removing water, under the nitrogen air current, it reacted at 210 \*\* for 3 hours, and ester (esterification degree: 30%) was obtained.

The milky lotion was prepared using ester of the working-example 5 working example 3. A number is a weight section.

Ester 5.0 olive-oil 43.0 of the working example 3 Purified water 51.5 Mixed fusion of the perfume is carried out, it keeps at 70 \*\*, purified water is added to perfume 0.5 oily component, and it mixes at 70 \*\*, and it cools to 30 \*\*, emulsifying and stirring in a homomixer.

[0013] The emollient lotion was prepared using ester of the working-example 6 working example 1 and the working example 4. A number is a weight section.

(1) Ester 7.0 stearic-acid [ of the working example 1 ] . 2.0 Cetanol 1.0 Lanolin 2.0. Squalane 9.0

Ester 3.0 of the working example 4 Antiseptic 0.5 (2) purified water 56.0 triethanolamine 1.0 sorbitol 3.0 (3) titanium oxide 7.5 kaolin 4.5 talc 2.0 (4) perfume 1.5 paints (3). The aqueous phase (2) is distributed, an oil phase (1) is added and emulsified, and (4) is blended. [0014] The milky lotion was prepared using comparative example 3 triglycerol fatty acid ester (triglycerol penta propionate ester, an esterification degree: 100%). A number is a weight section. Triglycerol fatty-acid-ester 5.0 olive oil 43.0 purified water 51.5 perfume The milky lotion was prepared using 0.5 comparative-example 4 triglycerol fatty acid ester (triglycerolpentastearic acid ester (esterification degree: 100%)). A number is a weight section.

Triglycerol fatty-acid-ester 5.0 olive oil 43.0 purified water 51.5 perfume 0.5 [0015]The emollient lotion was prepared using MCT (glycerin bird caprate (esterification degree: 100%)) of comparative example 5 marketing, and polyglyceryl fatty acid ester (hexaglycerin distearic acid ester (esterification degree: 35%)). A number is a weight section.

(1) MCT 3.0 stearic-acid 2.0. Cetanol 1.0 lanolin 2.0 Squalane . 9.0 Hexaglycerin distearic acid ester 7.0 Antiseptic 0.5 (2) purified water 56.0 triethanolamine 1.0 Sorbitol 3.0 (3) titanium oxide 7.5 kaolin 4.5 talc 2.0 (4) perfume 1.5 paints (3). The aqueous phase (2) is distributed, an oil phase (1) is added and emulsified, and (4) is blended.

[0016] The emollient lotion was prepared using polyglyceryl fatty acid ester (decaglycerin monostearin acid ester (esterification degree: 10%), hexaglycerin distearic acid ester (esterification degree: 35%)) of comparative example 6 marketing. A number is a weight section. (1) Decaglycerin monostearin acid ester . 3.0 Stearic acid 2.0 cetanol . 1.0 Lanolin 2.0 Squalane 9.0. Hexaglycerin distearic acid ester 7.0 Antiseptic 0.5 (2) purified water 56.0 triethanolamine 1.0 sorbitol 3.0 (3) titanium oxide 7.5 kaolin 4.5 talc 2.0 (4) perfume 1.5 paints (3). The aqueous phase (2) is distributed, an oil phase (1) is added and emulsified, and (4) is blended.

The evaluation-of-effectiveness result of the example of examination 2 working examples 5 and 6 and the comparative examples 3, 4, 5, and 6 was shown in Table 2. [0017]

[Table 2]

.	実施例		比較例			
	5	6	3	4	5	6
1皮膚のベタツキ	A	A	A	D	В	В
2皮膚へのなじみ	В	В	С	D	В	В
3 延展性	A	A	С	С	В	В
4 皮膚のしっとり感	A	A	С	С	В	В
5 皮膚への刺激性	A	Α	С	A	A	A

## [0018] (Examining method)

1: The practical use test by the panelist of 25 women of 19-57 years old of smeariness of the skin performed organic-functions evaluation. Evaluation was performed by the following five-step evaluations.

dramatically outstanding D: — it is not good — B: — it excels a little — A: E:Cwhich is not very good : usually — 2: — the same 4: as the case of the smeariness of the familiarity skin to the skin, and the case of the smeariness of the same 3:spread sex skin skin — the gently same 5: as the case of the smeariness of the admiration skin of the skin — the evaluation—of—effectiveness result of the example of examination 3 same working examples 5 and 6 and the comparative examples 3, 4, 5, and 6 as the case of the smeariness of the stimulative skin to the skin. It was shown in Table 3.

(The examining method) The prepared sample was saved at a 50 \*\* thermostat, appearance was

observed with the naked eye, and emulsion stability was examined. Evaluation was performed as follows.

A: B: to which separation is not accepted -- C: to which separation is accepted slightly -- perfect separation is accepted [0019]

[Table 3]

	実	施例		比 較 例			
	5	6	3	4	5	6	
10日後	A	A	А	A	A	A	
20日後	A	A	В	A	В	В .	
30日後	A	A	С	. B	В	В	
40日後	A	A	C	В	С	В	
5 0 日後	A	A	С	В	С	С	

[0020]In the 4 mouth flask of 71 liters of working examples, the diglycerol 166g (1.0 mol), Prepare the lauric acid 200g (mol [ 1.0 ], carbon number 12), and Under a nitrogen air current, Removing water, react at 220 \*\* for 2 hours, and ester (esterification degree: 25%) is prepared, The propionic acid 228g (mol [ 3.0 ], carbon number 3) was taught to this ester, after adding 0.05% of acetic anhydride sodium of the whole quantity, removing water, under the nitrogen air current, it reacted at 210 \*\* for 3 hours, and ester (esterification degree: 100%) was obtained. Ester of the example of examination 4 working example 7, commercial MCT (glycerin bird caprate (esterification degree: 100%)), Change of the acid value (AV) under preservation and a peroxide number (POV) was shown in Table 4 about commercial polyglyceryl fatty acid ester (PGE: decaglycerin monostearin acid ester (esterification degree: 10%)).

(The examining method) putting a constant rate of samples into a glass bottle with a lid, respectively, and neglecting it at 80% of 60 \*\* humidity — acid value (AV) and a peroxide number (POV) — a law — it measured in accordance with the method.
[0021]

[Table 4]

	<del>~~~~</del>					
		0 E	90日	180日	270日	360日
мст	VA	0. 07	0.09 0.10		0.12	0.14
MCI	POV	0	0	0.13	0.31	0.78
PGE	AV	0. 08	0. 31	0.86	1.67	3. 81
I G E	POV	0	0. 11	0.35	0.67	1. 07
実施例	AV	0. 09	0. 10	0.11	0.13	0_14
7	PO√	0	0	0 0.07		0.29

[0022]In the 4 mouth flask of 81 liters of working examples, the diglycerol 166g (1.0 mol), Prepare the caproic acid 116g (mol [ 1.0 ], carbon number 10), and Under a nitrogen air current, Removing water, react at 210 \*\* for 1.5 hours, and ester (esterification degree: 25%) is prepared,

The acetic acid 180g (mol [ 3.0 ], carbon number 2) was taught to this ester, after adding 0.05% of 85% phosphoric acid aqueous solution of the whole quantity, removing water, under the nitrogen air current, it reacted at 200 \*\* for 2 hours, and ester (esterification degree: 100%) was obtained.

Ester of the example of examination 5 working example 8, commercial MCT (glycerin bird caprate (esterification degree: 100%)), Change by a cold condition was observed about commercial polyglyceryl fatty acid ester (PGE: decaglycerin monostearin acid ester (esterification degree: 10%)), and the result was shown in Table 5.

(The examining method) A constant rate of samples were put into the glass bottle with a lid, respectively, and it changed to -10 \*\* preservation after [ of -7 \*\* preservation ] 120 hours. Evaluation was performed by the following four-step evaluations.

A: Crystal-less B: a crystal is a floating C:half solidified state D:perfect solidified state to the surface. [0023]

			_
17	ab	l .	_
	27	10	
LI	au		•

	-7℃			- 1 0 °C			
	24br	4 8	120	1	8	2 4	3 8
мст	A	Α	В	В	С	D	D
PGE	С	D	D	D	D	D	D
実施例 8	A	A	A	A	A	В	В

[0024]It will be as follows if the embodiment and objective product of this invention are mentioned.

- (1) The cosmetic containing one sort of diglycerol fatty acid ester and/or triglycerol fatty acid ester which use the inside chain saturated fatty acid of the straight chain of the carbon numbers 6-14, or its mixed fatty acid as constituent fatty acids, or two sorts or more.
- (2) The cosmetic containing one sort of diglycerol fatty acid ester and/or triglycerol fatty acid ester which use the inside chain saturated fatty acid of the straight chain of the carbon numbers 8-14, or its mixed fatty acid as constituent fatty acids, or two sorts or more.
- (3) The cosmetic containing one sort of diglycerol fatty acid ester and/or triglycerol fatty acid ester which use the inside chain saturated fatty acid of the straight chain of the carbon numbers 8, 10, 12, and 14, or its mixed fatty acid as constituent fatty acids, or two sorts or more.
- (4) The cosmetic containing one sort of diglycerol fatty acid ester and/or triglycerol fatty acid ester which are produced by esterifying not less than 20% of hydroxyl groups with the inside chain saturated fatty acid of the straight chain of the carbon numbers 6-14, or its mixed fatty acid (esterification degree: not less than 20%), or two sorts or more.
- (5) The cosmetic containing one sort of diglycerol fatty acid ester and/or triglycerol fatty acid ester which are produced by esterifying not less than 40% of hydroxyl groups with the inside chain saturated fatty acid of the straight chain of the carbon numbers 6-14, or its mixed fatty acid (esterification degree: not less than 40%), or two sorts or more.
- [0025](6) The cosmetic containing one sort of diglycerol fatty acid ester and/or triglycerol fatty acid ester which are produced by esterifying not less than 60% of hydroxyl groups with the inside chain saturated fatty acid of the straight chain of the carbon numbers 6-14, or its mixed fatty acid (esterification degree: not less than 60%), or two sorts or more.
- (7) The cosmetic containing one sort of diglycerol fatty acid ester and/or triglycerol fatty acid ester which are produced by esterifying not less than 80% of hydroxyl groups with the inside chain saturated fatty acid of the straight chain of the carbon numbers 6-14, or its mixed fatty acid (esterification degree: not less than 80%), or two sorts or more.
- (8) The cosmetic containing one sort of diglycerol fatty acid ester and/or triglycerol fatty acid

ester which are produced by esterifying not less than 20% of hydroxyl groups with the inside chain saturated fatty acid of the straight chain of the carbon numbers 8-14, or its mixed fatty acid (esterification degree: not less than 20%), or two sorts or more.

- (9) The cosmetic containing one sort of diglycerol fatty acid ester and/or triglycerol fatty acid ester which are produced by esterifying not less than 40% of hydroxyl groups with the inside chain saturated fatty acid of the straight chain of the carbon numbers 8-14, or its mixed fatty acid (esterification degree: not less than 40%), or two sorts or more.
- (10) The cosmetic containing one sort of diglycerol fatty acid ester and/or triglycerol fatty acid ester which are produced by esterifying not less than 60% of hydroxyl groups with the inside chain saturated fatty acid of the straight chain of the carbon numbers 8–14, or its mixed fatty acid (esterification degree: not less than 60%), or two sorts or more.
- [0026](11) The cosmetic containing one sort of diglycerol fatty acid ester and/or triglycerol fatty acid ester which are produced by esterifying not less than 80% of hydroxyl groups with the inside chain saturated fatty acid of the straight chain of the carbon numbers 8–14, or its mixed fatty acid (esterification degree: not less than 80%), or two sorts or more.
- (12) With the inside chain saturated fatty acid of the straight chain of the carbon numbers 8, 10, 12, and 14, or its mixed fatty acid. The cosmetic containing one sort of diglycerol fatty acid ester and/or triglycerol fatty acid ester which are produced by esterifying not less than 20% of hydroxyl groups (esterification degree: not less than 20%), or two sorts or more.
- (13) With the inside chain saturated fatty acid of the straight chain of the carbon numbers 8, 10, 12, and 14, or its mixed fatty acid. The cosmetic containing one sort of diglycerol fatty acid ester and/or triglycerol fatty acid ester which are produced by esterifying not less than 40% of hydroxyl groups (esterification degree: not less than 40%), or two sorts or more.
- (14) With the inside chain saturated fatty acid of the straight chain of the carbon numbers 8, 10, 12, and 14, or its mixed fatty acid. The cosmetic containing one sort of diglycerol fatty acid ester and/or triglycerol fatty acid ester which are produced by esterifying not less than 60% of hydroxyl groups (esterification degree: not less than 60%), or two sorts or more.
- (15) With the inside chain saturated fatty acid of the straight chain of the carbon numbers 8, 10, 12, and 14, or its mixed fatty acid. The cosmetic containing one sort of diglycerol fatty acid ester and/or triglycerol fatty acid ester which are produced by esterifying not less than 80% of hydroxyl groups (esterification degree: not less than 80%), or two sorts or more.
- (16) Not less than 40% of hydroxyl groups are esterified with the inside chain saturated fatty acid of the straight chain of the carbon numbers 6–14, or its mixed fatty acid, The hydroxyl group of the remaining diglycerols or triglycerol with lower fatty acid of the carbon numbers 2–4. The cosmetic containing one sort of diglycerol fatty acid ester and/or triglycerol fatty acid ester which are produced by esterifying not less than 80% of hydroxyl groups (esterification degree: not less than 80%), or two sorts or more.
- (17) Not less than 40% of hydroxyl groups are esterified with the inside chain saturated fatty acid of the straight chain of the carbon numbers 8–14, or its mixed fatty acid, The hydroxyl group of the remaining diglycerols or triglycerol with lower fatty acid of the carbon numbers 2–4. The cosmetic containing one sort of diglycerol fatty acid ester and/or triglycerol fatty acid ester which are produced by esterifying not less than 80% of hydroxyl groups (esterification degree: not less than 80%), or two sorts or more. [0027]

[Effect of the Invention] As the working example showed, the cosmetic (diglycerol fatty acid ester, triglycerol fatty acid ester) of this invention, Since not only the cosmetic itself is stable, but it improves a using feeling and the stability of the very thing is raised when it is used for cosmetics, using widely as an oily component is possible.

[Translation done.]

(19)日本国特許庁 (JP)

## (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平8-165218

(43)公開日 平成8年(1996)6月25日

(51) Int.Cl.6

識別記号 庁内整理番号

С

FΙ

技術表示箇所

A61K 7/00 7/027

審査請求 未請求 請求項の数4 FD (全 9 頁)

(21)出願番号

特願平6-331605

(71)出願人 000204181

太陽化学株式会社

(22)出願日

平成6年(1994)12月9日

三重県四日市市赤堀新町9番5号

(72)発明者 仲尾 栄

三重県四日市市赤堀新町9番5号 太陽化

学株式会社内

## (54) 【発明の名称】 化粧料

#### (57)【要約】

【構成】 ジグリセリン脂肪酸エステル及び/又はトリグリセリン脂肪酸エステル合成において、炭素数6~14の直鎖の中鎖飽和脂肪酸又はその混合脂肪酸とジグリセリン又はトリグリセリンとのエステルを必須成分としてなる化粧料。

【目的】 本発明の化粧料は安定であり、且つ他の成分との親和性にも優れ、本発明の化粧料を配合してなる化粧品は安全であり使用感の良いものとなる。

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 炭素数6~14の直鎖の中鎖飽和脂肪酸 又はその混合脂肪酸を構成脂肪酸とするジグリセリン脂 肪酸エステル及び/又は炭素数6~14の直鎖の中鎖飽 和脂肪酸又はその混合脂肪酸を構成脂肪酸とするトリグ リセリン脂肪酸エステルの1種又は2種以上を含有して なる化粧料。

【請求項2】 炭素数6~14の直鎖の中鎖飽和脂肪酸 又はその混合脂肪酸により水酸基の20%以上をエステ ル化(エステル化度:20%以上)して得られる脂肪酸 エステルを構成エステルとする請求項1記載の化粧料。

【請求項3】 炭素数6~14の直鎖の中鎖飽和脂肪酸 又はその混合脂肪酸により水酸基の80%以上をエステ ル化(エステル化度:80%以上)して得られる脂肪酸 エステルを構成エステルとする請求項1記載の化粧料。

【請求項4】 炭素数6~14の直鎖の中鎖飽和脂肪酸 又はその混合脂肪酸により水酸基の20%以上をエステル化し、残りのジグリセリン又はトリグリセリンの水酸 基を炭素数2~4の低級脂肪酸により水酸基の80%以 上をエステル化(エステル化度:80%以上)して得られる脂肪酸エステルを構成エステルとする請求項1記載の化粧料。

#### 【発明の詳細な説明】

#### [0001]

【産業上の利用分野】一般に、ポリグリセリン脂肪酸エステルは、その有する様々な特性を利用して、広く食品、化粧品等に添加物として使用されている。

#### [0002]

【従来の技術】化粧品は皮膚を清潔にし、潤いを与え、 皮膚呼吸の妨げとならない程度の通気性を有する油状被 膜を形成し、安全で、皮膚や毛髪をすこやかに保つ役割 を持つものが望ましい。このような性質を持つ化粧品を 得るには、その主要構成成分である油相成分が刺激性が 少なく、色、臭いがなく、他成分との親和性が良くかつ 皮膚表面の性質や生理作用に影響を与えず、感触に優れ 目的に合う粘度を有する必要がある。従来より化粧品に 使用されている油相成分は、主に天然動植物性の油脂、 ロウおよび鉱物性の炭化水素等である。しかし、天然物 は品質、価格などが変動し高度な精製工程を行っても経 時的に品質が低下(色相、臭気等)する場合があり望ま しくない。また、鉱物性のものは化学的には不活性で品 質は安定し、価格も低廉であるが、油性感が強く、精製 工程上に不備があると皮膚に対して思わしくない性質を 有する等の欠点がある。また、これら油相成分には、他 の添加物 (香料、顔料等) との親和性について問題にな る場合もある。そこでグリセリンをカプリル酸若しくは カプリン酸又はこれらの混合脂肪酸で完全にエステル化 した中鎖脂肪酸トリグリセライド(MCT: Medium Cha in Triglyceride )が用いられる。また、平均重合度4 以上のポリグリセリンを炭素数14以上の高級脂肪酸と

炭素数2~4の低級脂肪酸との混合脂肪酸によりエステル化したポリグリセリン脂肪酸エステルの1種または2種以上を含有する化粧料について特開昭58-72510号に開示されている。

#### [0003]

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、グリセ リンは分子量が小さく低粘度であることから、MCT自 体の粘度は殆どない。また、グリセリンは水酸基の数が 少なく極性の変化の幅を大きくもたせることが出来ない ことに加え、グリセリンはジグリセリンやトリグリセリ ンに比べ粘性が弱いことから、これらのエステルよりも MCTの使用範囲は限られたものになる。また、ポリグ リセリンはグリセリンの加熱重合生成物から、必要によ り低沸点物を分離して得られるものであり、加熱重合す る際に水酸化ナトリウムなどを触媒として260 ~280 ℃ の高温で長時間反応させることにより得られるため、高 沸点の分離不可能な副生成物を多量に含有するものであ る。そして、これらポリグリセリンは重合度の増加に伴 い、粘度および沸点が高くなり色相も劣化するため精製 が困難となりグリセリン、ジグリセリン、トリグリセリ ンのような低沸点物を精製出来るに過ぎず、重合度の高 いものほど精製に費用がかかり、重合度の高いポリグリ セリンを用いるポリグリセリン脂肪酸エステルはコスト の面に問題が残る。また、重合度の高いポリグリセリン は、感触が悪く油相成分に適さない。また、炭素数14 以上の高級脂肪酸をエステル化に用いた場合、油性感が 強くグリース様の感触となり使用感の悪いものになる。 さらに、不飽和物を用いると、熱、光、金属イオンに対 して酸化安定性が悪く過酸化物を生じ易いため安全性に 問題が残る。また、低級脂肪酸のみをエステル化に用い ると、エステル自体の極性が強くなり過ぎるために油相 成分との相溶性が悪くなる。

### [0004]

【課題を解決するための手段】本発明は高度な安全性と 優れた機能を有すると共に、経時的に品質が低下しない 安価な化粧料を供することを目的として鋭意研究開発を 重ねた結果、本発明に達したものである。すなわち本発 明は炭素数6~14の直鎖の中鎖飽和脂肪酸又はその混 合脂肪酸を構成脂肪酸とするジグリセリン脂肪酸エステ ル及び/又は炭素数6~14の直鎖の中鎖飽和脂肪酸又 はその混合脂肪酸を構成脂肪酸とするトリグリセリン脂 肪酸エステルの1種又は2種以上を含有してなる化粧料 である。炭素数6~14の直鎖の中鎖飽和脂肪酸又はそ の混合脂肪酸によりジグリセリンの水酸基の20%以上 をエステル化 (エステル化度:20%以上) して得られ るジグリセリン脂肪酸エステル及び/又は炭素数6~1 4の直鎖の中鎖飽和脂肪酸又はその混合脂肪酸によりジ グリセリンの水酸基の20%以上をエステル化 (エステ ル化度:20%以上)して得られるトリグリセリン脂肪 酸エステルの1種又は2種以上を含有してなる化粧料で

もよく、好ましくは炭素数6~14の直鎖の中鎖飽和脂 肪酸又はその混合脂肪酸によりジグリセリンの水酸基の 80%以上をエステル化 (エステル化度:80%以上) して得られるジグリセリン脂肪酸エステル及び/又は炭 素数6~14の直鎖の中鎖飽和脂肪酸又はその混合脂肪 酸によりトリグリセリンの水酸基の80%以上をエステ ル化 (エステル化度:80%以上)して得られるトリグ リセリン脂肪酸エステルの1種又は2種以上を含有して なる化粧料であり、更に好ましくは炭素数6~14の直 鎖の中鎖飽和脂肪酸又はその混合脂肪酸によりジグリセ リンの水酸基の20%以上をエステル化し、残りのジグ リセリンの水酸基を炭素数2~4の低級脂肪酸により水 酸基の80%以上をエステル化されたジグリセリン脂肪 酸エステル (エステル化度:80%以上)及び炭素数6 ~14の直鎖の中鎖飽和脂肪酸又はその混合脂肪酸によ りトリグリセリンの水酸基の20%以上をエステル化 し、残りのトリグリセリンの水酸基を炭素数2~4の低 級脂肪酸により水酸基の80%以上をエステル化された トリグリセリン脂肪酸エステル (エステル化度:80% 以上)の1種又は2種以上を含有してなる化粧料であ る。

【0005】本発明に用いる中鎖飽和脂肪酸とは炭素数 6~14の直鎖脂肪酸であり、好ましくは炭素数8~1 4の直鎖脂肪酸であり、更に好ましくは炭素数8,1 0,12,14の直鎖脂肪酸である。例えばカプロン 酸、ヘプチル酸、カプリル酸、ノニル酸、カプリン酸、 ウンデカン酸、ラウリン酸、ミリスチン酸等が好まし く、ヤシ油若しくはパーム油の加水分解精製物又はその 水素添加物を例示することも出来る。これらのものは精 製の程度によってはパルミチン酸、ステアリン酸、オレ イン酸を極僅かに含む場合もあるが利用上何ら問題は認 められない。また、これら中鎖飽和脂肪酸は1種又は2 種以上を組み合わせて用いてもよい。本発明に用いる炭 素数2~4の低級脂肪酸は酢酸、プロピオン酸、酪酸の 1種又は2種以上の混合物である。さらに中鎖飽和脂肪 酸には殺菌作用を持つものがあり、このような脂肪酸に て構成されるエステルには、それ自体にも殺菌又は静菌 作用を有し、化粧品や塗布した皮膚表面を清潔に保ち、 低級脂肪酸と中鎮飽和脂肪酸との混合エステルは、中鎖 飽和脂肪酸エステルと同等の油性基剤としての性質を有 する。中鎖飽和脂肪酸に側鎖脂肪酸を用いると、側鎖脂 肪酸の持つ皮膚刺激性のために、そのエステルも皮膚刺 激性を有し、使用に際し好ましくない。

【0006】本発明におけるジグリセリン脂肪酸エステル、トリグリセリン脂肪酸エステルの製法は、ジグリセリン(又はトリグリセリン)と脂肪酸との直接エステル化法、ジグリセリン(又はトリグリセリン)ナトリウムアルコキシドと脂肪酸クロライドとの反応による酸クロライド法、またはエステル交換法などが挙げられるがどの製法によっても本発明のジグリセリン脂肪酸エステ

ル、トリグリセリン脂肪酸エステルを得ることができる。例えば、ジグリセリンテトララウリン酸エステルは次の如く合成出来る。即ち、温度計、窒素導入管及び水分分離トラップ付きの四つロフラスコにジグリセリンとラウリン酸をモル比にして1:4の割合(ジグリセリン:ラウリン酸=1:4)で仕込み、85%リン酸水溶液を全量の0.05%添加した後、窒素気流中250℃で3時間反応を行う。このようにして得られる本発明のジグリセリン脂肪酸エステル、トリグリセリン脂肪酸エステルは非常に安定性が良く皮膚感作性が少なく、常温にて白色~淡黄色の液状又は軟固体状であり延展性にも優れ、その融点、粘度等は構成脂肪酸の種類と量により調節できる。さらに、これら脂肪酸エステルは、他の油相成分との親和性が良く、乳化系に用いた場合に混和剤または潤滑剤として有用である。

【0007】すなわち、本発明によるこれら脂肪酸エス テルを配合してなる化粧品は、夏冬の温度変化に対する 粘度(粘性)の変化が少ない。一般の油相成分のみだけ でなく、他の添加物 (顔料、防腐剤、香料など)との親 和性、安定性にも問題はみられない。本発明のジグリセ リン脂肪酸エステル、トリグリセリン脂肪酸エステルは 例えば、トリエタノールアミン塩、アルキルアンモニウ ム塩、アルキルピリジウム塩、ラウリル硫酸ナトリウ ム、ラウロマクロゴール等の界面活性剤、硫酸マグネシ ウム、硫酸アルミニウム、酸化マグネシウム、酸化亜鉛 等の無機塩類、ヒマシ油、オリーブ油、綿実油、卵黄 油、ミンク油、カカオ脂、木口ウ等のオイルや油脂類、 又はミツロウ、ラノリン、カルナバロウ、キャンデリラ ロウ、モンタンロウ等のロウ類、さらにはラウリルアル コール、セチルアルコール、ステアリルアルコール、オ レイルアルコール、コレリン、シトステリン、ラノリン アルコール等の一価又は多価アルコール類、フェノー ル、レゾルシン、オルトフェニルフェノール、パラオキ シ安息香酸エステル類、クレゾール、安息香酸とその塩 類、サリチル酸とその塩類、塩化ベンゼトニウム、エチ レンオキサイド等の抗菌剤、防腐剤又はじゃ香、シナモ ンバークオイル、オレンジオイル、ベンジルアルコー ル、カンファー、オイゲノール等の天然若しくは合成香 料と組み合わせて用いても何ら問題は認められない。従 って、本発明のジグリセリン脂肪酸エステル、トリグリ セリン脂肪酸エステルはファンデーションや口紅、乳液 等の化粧品基剤として用いると優れた機能を発揮する。 【0008】本発明のジグリセリン脂肪酸エステル、ト リグリセリン脂肪酸エステルを調製するに際し、中鎖飽 和脂肪酸によるエステル化度はジグリセリン、トリグリ セリンの全体の20%以上 (エステル化度:20%以 上)であることが望ましい。この値より小さいと極性が 高くなり油相成分との相溶性が低下する。尚、本願にお けるエステル化度とは、ポリグリセリンを理論的に完全 にエステル化するのに必要十分な量の脂肪酸によりエス

テル化した場合のエステル価(A)と、その脂肪酸のある量でエステル化した場合のエステル価(B)より、エステル化度(%)=B/A×100により算出した。 又、エステル価は公知のいかなる方法で測定した値であっても差し支えない。以下に実施例を示し本発明を具体的に説明するが、本発明はこれによって限定されるものではない。

[0009]

【実施例】

実施例1

実施例1のエステル

ヒマシ油

顔料

香料

カルナバロウ

【0010】比較例1

グリセリン脂肪酸エステル (グリセリントリ2-カプリ

グリセリン脂肪酸エステル

ヒマシ油

顔料

香料

カルナバロウ

比較例2

ポリグリセリン脂肪酸エステル(デカグリセリントリカ

ポリグリセリン脂肪酸エステル

ヒマシ油

顔料

香料

カルナバロウ・

試験例1

実施例2と比較例1、2との効果測定結果を表1に示し

た。

2リットルの四つロフラスコにジグリセリン332g (2.0mol)、カプリル酸1152g(8.0mol、 炭素数8)を仕込み、全量の0.1%の水酸化ナトリウムを添加後、窒素気流下、水を除去しながら220℃で 3時間反応しエステル(エステル化度:100%)を得た。

#### 実施例2

実施例1のエステル(ジグリセリンテトラカプリル酸エステル)を用いて口紅を調製した。尚、数字は重量部である。

10.0

75.0

10.0

2.0

3.0

ル酸エステル)(エステル化度:100%)を用いて口 紅を調製した。尚、数字は重量部である。

10.0

75.0

10.0

2. 0

3.0

プリル酸エステル)(エステル化度:25%)を用いて 口紅を調製した。尚、数字は重量部である。

10.0

75.0

10.0

2.0

3.0

【0011】 【表1】

	実施例2	比較例1	比較例 2
1 稠度	A	В	D
2 延展性	A	A	D
3色つき	A	В	С
4 口唇への刺激性	A	A	A
5 口唇の異常	А	A	A
6 保存安定性	A	A	В

【0012】(試験法)

1・瑪度

19~57才の女子25名のパネラーによる実使用テストにより、官能評価を行った。評価は、以下の5段階評

価で行った。

A: 非常に優れている

D:良くない

B : ❖

や優れている

C:普 通

E:非常に良くない

2:延展性

稠度の場合と同じ

3:色つき(持続性)

稠度の場合と同じ

4:口唇への刺激性

稠度の場合と同じ

5:口唇の異常

稠度の場合と同じ

6:保存安定性

調整した試料を25℃にて一ヵ月放置した後、

A:変化しないもの

B:硬化又は軟化するも

0)

#### 実施例3

2リットルの四つ口フラスコにトリグリセリン240g (1.0mol)、カプリル酸438g(3.0mol、炭

実施例3のエステル

オリーブ油

精製水

香料

油性成分に香料を混合融解し70℃に保ち、精製水を加え、70℃にて混合しホモミキサーにて乳化し、攪拌しながら30℃まで冷却する。

(1) 実施例1のエステル

ステアリン酸

セタノール

ラノリン

スクワラン

実施例4のエステル

防腐剤

(2) 精製水

トリエタノールアミン

ソルビトール

(3) 酸化チタン

カオリン

タルク

(4) 香料

顔料(3) を水相(2) に分散させ、油相(1) を加えて乳化 し(4) を配合する。

#### 【0014】比較例3

トリグリセリン脂肪酸エステル

オリーブ油

精製水

香料

#### 比較例4

トリグリセリン脂肪酸エステル(トリグリセリンペンタ

トリグリセリン脂肪酸エステル

オリーブ油

精製水

香料

#### 【0015】比較例5

素数8)、ミリスチン酸456g(2.0mol、炭素数14)を仕込み、全量の0.1%の水酸化ナトリウムを添加後、窒素気流下、水を除去しながら240℃で3.5時間反応しエステル(エステル化度:100%)を得た。

#### 実施例4

2リットルの四つ口フラスコにトリグリセリン480g (2.0mol)、ミリスチン酸684g(3.0mol、 炭素数14)を仕込み、全量の0.05%の無水酢酸ナトリウムを添加後、窒素気流下、水を除去しながら21 0℃で3時間反応しエステル(エステル化度:30%) を得た。

#### 実施例5

実施例3のエステルを用いて乳液を調製した。尚、数字 は重量部である。

5.0

43.0

51.5

0.5

#### 【0013】実施例6

実施例1、実施例4のエステルを用いてエモリエントローションを調製した。尚、数字は重量部である。

7.0

2.0

1.0

2.0

9.0

3.0

0.5

56.0

1.0

3.0

7. .5

4.5 2.0

1.5

トリグリセリン脂肪酸エステル (トリグリセリンペンタ プロピオン酸エステル、エステル化度:100%)を用 いて乳液を調製した。尚、数字は重量部である。

5.0

43.0

51.5

0.5

ステアリン酸エステル(エステル化度:100%))を 用いて乳液を調製した。尚、数字は重量部である。

5.0

43.0

51.5

0.5

市販のMCT(グリセリントリカプリン酸エステル(エ

ステル化度:100%))、ポリグリセリン脂肪酸エス テル化度:35%))を用いてエモリエントローション テル (ヘキサグリセリンジステアリン酸エステル (エス を調製した。尚、数字は重量部である。 (1) MCT 3.0 ステアリン酸 2.0 セタノール 1.0 ラノリン 2.0 スクワラン 9.0 ヘキサグリセリンジステアリン酸エステル 7.0 防腐剤 0.5 (2) 精製水 56.0 トリエタノールアミン 1.0 ソルビトール 3.0 (3) 酸化チタン 7.5 カオリン 4.5 タルク 2.0 (4) 香料 1.5 顔料(3) を水相(2) に分散させ、油相(1) を加えて乳化 モノステアリン酸エステル (エステル化度:10%)、 し(4) を配合する。 ヘキサグリセリンジステアリン酸エステル(エステル化 【0016】比較例6 度:35%))を用いてエモリエントローションを調製 市販のポリグリセリン脂肪酸エステル(デカグリセリン した。尚、数字は重量部である。 (1) デカグリセリンモノステアリン酸エステル 3.0 ステアリン酸 2.0 セタノール 1.0 ラノリン 2.0 スクワラン 9.0 ヘキサグリセリンジステアリン酸エステル 7.0 防腐剤 0.5 (2) 精製水 56.0 トリエタノールアミン 1.0 ソルビトール 3.0 (3) 酸化チタン 7.5 カオリン 4.5 タルク 2.0 (4) 香料 1.5 顔料(3) を水相(2) に分散させ、油相(1) を加えて乳化 を表2に示した。 し(4) を配合する。 [0017] 試験例2 【表2】 実施例5、6と比較例3、4、5、6との効果測定結果

	実施例		比較例			
	5	6	3	4	5	6
1 皮膚のベタツキ	A	Α	A	· D	В	. в
2 皮膚へのなじみ	В	В	С	D	В	В
3 延展性	A	A	С	С	В	В
4 皮膚のしたり感	A	A	С	С	В	В
5 皮膚への刺激性	A	А	. с	A	A	A

## 【0018】(試験法)

1:皮膚のベタツキ

19~57才の女子25名のパネラーによる実使用テストにより官能評価を行った。評価は、以下の5段階評価で行った。

A: 非常に優れている

D:良くない

B:やや優れている

E: 非常に良くない

C:ふつう

2:皮膚へのなじみ

皮膚のベタツキの場合と同じ

3:延展性

皮膚のベタツキの場合と同じ

4:皮膚のしっとり感

皮膚のベタツキの場合と同じ

5:皮膚への刺激性

皮膚のベタツキの場合と同じ

試験例3

実施例5、6と比較例3、4、5、6との効果測定結果 を表3に示した。

(試験法)調製した試料を50℃の恒温槽に保存し、外 観を肉眼で観察し乳化安定性の試験を行った。評価は、 以下のように行った。

A:分離は認められない

B:わずかに分離が認められる

C:完全な分離が認められる

[0019]

【表3】

	実友	<b>色例</b>		比 較	例		
	5	6	3	4	5	6	
10日後	A	Α	А	A	A	A	
20日後	A	Α	В	A	В	В	
3 0 日後	A	A	С	В	В	В	
4 0 日後	Α	A	С	В	С	В	
50日後	Α	A	С	В	С	С	

## 【0020】実施例7

1リットルの四つロフラスコにジグリセリン166g (1.0mol)、ラウリン酸200g(1.0mol、炭素数12)を仕込み窒素気流下、水を除去しながら220℃で2時間反応しエステル(エステル化度:25%)を調製し、このエステルにプロピオン酸228g(3.0mol、炭素数3)を仕込み、全量の0.05%の無水酢酸ナトリウムを添加後、窒素気流下、水を除去しなが ら210℃で3時間反応しエステル (エステル化度: 100%) を得た。

#### 試験例4

実施例7のエステル、市販のMCT (グリセリントリカプリン酸エステル (エステル化度:100%))、市販のポリグリセリン脂肪酸エステル (PGE:デカグリセリンモノステアリン酸エステル (エステル化度:10%))につき、保存中の酸価 (AV)、過酸化物価 (P

OV)の変化を表4に示した。

(試験法) 蓋付きガラスビンにそれぞれ一定量の試料を 入れ、60℃湿度80%にて放置し酸価(AV)、過酸 化物価(POV)を定法に従って測定した。

[0021]

【表4】

		0 B	90日	180日	270日	360日
	AV	0. 07	0.09	0.10	0. 12	0.14
MCI	MCT POV 0	0	0.13	0. 31	0.78	
PGE	AV	0.08	0. 31	0.86	1. 67	3.81
PGE	POV	0	0.11	0. 35	0. 67	1.07
実施例	ΑV	0. 09	0_ 10	0. 11	0.13	0.14
7	POV	0	0	0.07	0. 16	0. 29

#### 【0022】実施例8

1リットルの四つロフラスコにジグリセリン166g (1.0mol)、カプロン酸116g(1.0mol)、炭素数10)を仕込み、窒素気流下、水を除去しながら210℃で1.5時間反応しエステル(エステル化度:25%)を調製し、このエステルに、酢酸180g(3.0mol)、炭素数2)を仕込み、全量の0.05%の85%リン酸水溶液を添加後、窒素気流下、水を除去しながら200℃で2時間反応しエステル(エステル化度:100%)を得た。

#### 試験例5

実施例8のエステル、市販のMCT(グリセリントリカ プリン酸エステル(エステル化度:100%))、市販 のポリグリセリン脂肪酸エステル(PGE:デカグリセリンモノステアリン酸エステル(エステル化度:10%))について低温状態による変化を観察し、その結果を表5に示した。

(試験法) 蓋付きガラスビンにそれぞれ一定量の試料を入れ、-7℃保存120時間後-10℃保存に切り替えた。評価は、以下の4段階評価で行った。

A:結晶なし

B:表面に結晶が浮遊

C:半固化状態

D:完全固化状態

[0023]

【表5】

	-7℃			- 1 0 °C			
	24br	4 8	120	1	8	2 4	3 8
мст	A	A	В	В	С	D	D
PGE	С	D	D.	D	D	D	D
実施例 8	A	A	A	A	A	В	В

【0024】本発明の実施態様ならびに目的生成物を挙げれば以下の通りである。

- (1) 炭素数6~14の直鎖の中鎖飽和脂肪酸又はその 混合脂肪酸を構成脂肪酸とするジグリセリン脂肪酸エス テル及び/又はトリグリセリン脂肪酸エステルの1種又 は2種以上を含有してなる化粧料。
- (2) 炭素数8~14の直鎖の中鎖飽和脂肪酸又はその 混合脂肪酸を構成脂肪酸とするジグリセリン脂肪酸エス テル及び/又はトリグリセリン脂肪酸エステルの1種又

は2種以上を含有してなる化粧料。

- (3)炭素数8,10,12,14の直鎖の中鎖飽和脂肪酸又はその混合脂肪酸を構成脂肪酸とするジグリセリン脂肪酸エステル及び/又はトリグリセリン脂肪酸エステルの1種又は2種以上を含有してなる化粧料。
- (4) 炭素数6~14の直鎖の中鎖飽和脂肪酸又はその 混合脂肪酸により水酸基の20%以上をエステル化(エステル化度:20%以上)して得られるジグリセリン脂肪酸エステル及び/又はトリグリセリン脂肪酸エステル

- の1種又は2種以上を含有してなる化粧料。
- (5) 炭素数6~14の直鎖の中鎖飽和脂肪酸又はその 混合脂肪酸により水酸基の40%以上をエステル化(エ ステル化度:40%以上)して得られるジグリセリン脂 肪酸エステル及び/又はトリグリセリン脂肪酸エステル の1種又は2種以上を含有してなる化粧料。
- 【0025】(6)炭素数6~14の直鎖の中鎖飽和脂肪酸又はその混合脂肪酸により水酸基の60%以上をエステル化(エステル化度:60%以上)して得られるジグリセリン脂肪酸エステル及び/又はトリグリセリン脂肪酸エステルの1種又は2種以上を含有してなる化粧料。
- (7)炭素数6~14の直鎖の中鎖飽和脂肪酸又はその 混合脂肪酸により水酸基の80%以上をエステル化(エ ステル化度:80%以上)して得られるジグリセリン脂 肪酸エステル及び/又はトリグリセリン脂肪酸エステル の1種又は2種以上を含有してなる化粧料。
- (8) 炭素数8~14の直鎖の中鎖飽和脂肪酸又はその混合脂肪酸により水酸基の20%以上をエステル化(エステル化度:20%以上)して得られるジグリセリン脂肪酸エステル及び/又はトリグリセリン脂肪酸エステルの1種又は2種以上を含有してなる化粧料。
- (9) 炭素数8~14の直鎖の中鎖飽和脂肪酸又はその混合脂肪酸により水酸基の40%以上をエステル化(エステル化度:40%以上)して得られるジグリセリン脂肪酸エステル及び/又はトリグリセリン脂肪酸エステルの1種又は2種以上を含有してなる化粧料。
- (10) 炭素数8~14の直鎖の中鎖飽和脂肪酸又はその 混合脂肪酸により水酸基の60%以上をエステル化(エステル化度:60%以上)して得られるジグリセリン脂肪酸エステル及び/又はトリグリセリン脂肪酸エステルの1種又は2種以上を含有してなる化粧料。
- 【0026】(11) 炭素数8~14の直鎖の中鎖飽和脂肪酸又はその混合脂肪酸により水酸基の80%以上をエステル化(エステル化度:80%以上) して得られるジグリセリン脂肪酸エステル及び/又はトリグリセリン脂肪酸エステルの1種又は2種以上を含有してなる化粧料。
- (12) 炭素数8,10,12,14の直鎖の中鎖飽和脂肪酸又はその混合脂肪酸により水酸基の20%以上をエステル化(エステル化度:20%以上)して得られるジグリセリン脂肪酸エステル及び/又はトリグリセリン脂

- 肪酸エステルの1種又は2種以上を含有してなる化粧料。
- (13) 炭素数8,10,12,14の直鎖の中鎖飽和脂肪酸又はその混合脂肪酸により水酸基の40%以上をエステル化(エステル化度:40%以上)して得られるジグリセリン脂肪酸エステル及び/又はトリグリセリン脂肪酸エステルの1種又は2種以上を含有してなる化粧料。
- (14) 炭素数8,10,12,14の直鎖の中鎖飽和脂肪酸又はその混合脂肪酸により水酸基の60%以上をエステル化(エステル化度:60%以上)して得られるジグリセリン脂肪酸エステル及び/又はトリグリセリン脂肪酸エステルの1種又は2種以上を含有してなる化粧料
- (15) 炭素数8,10,12,14の直鎖の中鎖飽和脂肪酸又はその混合脂肪酸により水酸基の80%以上をエステル化(エステル化度:80%以上)して得られるジグリセリン脂肪酸エステル及び/又はトリグリセリン脂肪酸エステルの1種又は2種以上を含有してなる化粧料。
- (16) 炭素数6~14の直鎖の中鎖飽和脂肪酸又はその 混合脂肪酸により水酸基の40%以上をエステル化し、 残りのジグリセリン又はトリグリセリンの水酸基を炭素 数2~4の低級脂肪酸により水酸基の80%以上をエス テル化(エステル化度:80%以上)して得られるジグ リセリン脂肪酸エステル及び/又はトリグリセリン脂肪 酸エステルの1種又は2種以上を含有してなる化粧料。
- (17) 炭素数8~14の直鎖の中鎖飽和脂肪酸又はその混合脂肪酸により水酸基の40%以上をエステル化し、残りのジグリセリン又はトリグリセリンの水酸基を炭素数2~4の低級脂肪酸により水酸基の80%以上をエステル化(エステル化度:80%以上)して得られるジグリセリン脂肪酸エステル及び/又はトリグリセリン脂肪酸エステルの1種又は2種以上を含有してなる化粧料。【0027】

【発明の効果】実施例で示したように、本発明の化粧料 (ジグリセリン脂肪酸エステル、トリグリセリン脂肪酸エステル) は、化粧料自身が安定であるだけでなく、化粧品に使用した場合に使用感を良くし、そのものの安定性を向上させるので、油性成分として広く汎用することが可能である。